

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number : 2002-293583

(43) Date of publication of application : 09.10.2002

(51)Int.Cl. C03C 27/12  
C08K 5/10  
C08K 9/02  
C08L 29/14

(21)Application number : 2001-099924

(71)Applicant : SEKISUI CHEM CO LTD

(22) Date of filing : 30.03.2001

(72)Inventor : **YOSHIOKA TADAHIKO**  
**OBATA MASATOSHI**

(54) INTERMEDIATE FILM FOR LAMINATED GLASS AND LAMINATED GLASS

**(57)Abstract:**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide an intermediate film for laminated glass and laminated glass using the intermediated film which are excellent in transparency, a heat shielding property, and electromagnetic wave transmittance.

**SOLUTION:** The intermediate film is composed of a polyvinylbutyral resin, plasticizer, and a tin doped indium oxide(ITO) particle and/or an antimony doped indium oxide(ATO) particle of 0.1-3 wt.pt., the mean particle diameter of a tin doped indium oxide(ITO) particle or an antimony doped indium oxide(ATO) particle is =80 nm, and dispersed such that the numbers of particles having =100 nm particle diameter are = $1/\mu\text{m}^2$ . The laminated glass using the film has the electromagnetic wave shielding property for 1-10 MHz or 2-26.5 GHz is =10 dB.

## **LEGAL STATUS**

[Date of request for examination] 17.03.2003

Copyright (C) 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (JP)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号  
特開2002-293583  
(P2002-293583A)

(43)公開日 平成14年10月9日 (2002.10.9)

(51)Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テ-マコ-ト <sup>*</sup> (参考)		
C 0 3 C 27/12		C 0 3 C 27/12	L 4 G 0 6 1		
C 0 8 K 5/10		C 0 8 K 5/10	Z 4 J 0 0 2		
9/02		9/02			
C 0 8 L 29/14		C 0 8 L 29/14	審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 7 頁)		

(21)出願番号 特願2001-99924(P2001-99924)

(71)出願人 000002174

積水化学工業株式会社

(22)出願日 平成13年3月30日 (2001.3.30)

大阪府大阪市北区西天満2丁目4番4号

(72)発明者 吉岡 忠彦

滋賀県甲賀郡水口町泉1259 積水化学工業  
株式会社内

(72)発明者 小幡 真稔

滋賀県甲賀郡水口町泉1259 積水化学工業  
株式会社内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 合わせガラス用中間膜及び合わせガラス

## (57)【要約】

【課題】 透明性、遮熱性が優れると共に、電磁波透過性が良好な合わせガラス用中間膜及びその中間膜を用いた合わせガラスを提供する。

【解決手段】 ポリビニルブチラール樹脂、可塑剤並びに並びに錫ドープ酸化インジウム (ITO) 微粒子及び／又はアンチモンドープ酸化インジウム (ATO) 微粒子0.1～3重量部からなり、さらに、膜中の錫ドープ酸化インジウム (ITO) 微粒子又はアンチモンドープ酸化インジウム (ATO) 微粒子の平均粒径が80nm以下であり、且つ粒径100nm以上の粒子数が1個以下／μm<sup>2</sup>となるように分散されており、さらに合わせガラスにした際に0.1～10MHz又は2～26.5GHzでの電磁波シールド性能が10dB以下である合わせガラス用中間膜を使用する。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 可塑化ポリビニルブチラール樹脂からなる合わせガラス用中間膜であって、前記可塑化ポリビニルブチラール樹脂は、ポリビニルブチラール樹脂100重量部、可塑剤30～60重量部並びに錫ドープ酸化インジウム(ITO)微粒子及び／又はアンチモンドープ酸化インジウム(ATO)微粒子0.1～3重量部からなり、さらに、膜中の錫ドープ酸化インジウム(ITO)微粒子又はアンチモンドープ酸化インジウム(ATO)微粒子の平均粒径が80nm以下であり、且つ粒径100nm以上の粒子数が1個以下/ $\mu\text{m}^2$ となるように分散されており、さらに合わせガラスにした際に0.1～1.0MHzでの電磁波シールド性能が10dB以下であることを特徴とする合わせガラス用中間膜。

【請求項2】 可塑化ポリビニルブチラール樹脂からなる合わせガラス用中間膜であって、前記可塑化ポリビニルブチラール樹脂は、ポリビニルブチラール樹脂100重量部、可塑剤30～60重量部並びに錫ドープ酸化インジウム(ITO)微粒子及び／又はアンチモンドープ酸化インジウム(ATO)微粒子0.1～3重量部からなり、さらに、膜中の錫ドープ酸化インジウム錫ドープ酸化インジウム(ITO)微粒子又はアンチモンドープ酸化インジウム(ATO)微粒子平均粒径が80nm以下であり、且つ粒径100nm以上の粒子数が1個以下/ $\mu\text{m}^2$ となるように分散されており、さらに合わせガラスにした際に2～26.5GHzでの電磁波シールド性能が10dB以下であることを特徴とする合わせガラス用中間膜。

【請求項3】 厚さ2.5mmのクリアガラス2枚の間に挟んで作製した合わせガラスの、可視光透過率が70%以上、日射透過率が可視光透過率の80%以下、ヘイズが1%以下であり、さらに0.1～1.0MHzでの電磁波シールド性能が10dB以下であることを特徴とする合わせガラス用中間膜。

【請求項4】 厚さ2.5mmのクリアガラス2枚の間に挟んで作製した合わせガラスの、可視光透過率が70%以上、日射透過率が可視光透過率の80%以下、ヘイズが1%以下であり、さらに2～26.5GHzでの電磁波シールド性能が10dB以下であることを特徴とする合わせガラス用中間膜。

【請求項5】 請求項1～4記載の合わせガラス用中間膜が用いられてなることを特徴とする合わせガラス。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、透明性、遮熱性、電磁波透過性に優れた合わせガラス用中間膜及びそれを用いた合わせガラスに関する。

## 【0002】

【従来の技術】従来より、合わせガラスは、外部衝撃を受けて破損しても、ガラスの破片が飛散することが少な

く安全であるため、自動車のような車輌、航空機、建築物等の窓ガラス等として広く使用されている。上記合わせガラスとしては、少なくとも一对のガラス間に、可塑剤により可塑化されたポリビニルブチラール樹脂などのポリビニルアセタール樹脂からなる合わせガラス用中間膜を介在させ、一体化させて得られるものが用いられている。

【0003】しかし、このような合わせガラスは安全性に優れているが、遮熱性に劣るという問題があった。

10 一般に、光線の中でも780nm以上の波長をもつ赤外線は、紫外線と比較するとエネルギー量が約10%程度と小さいが、熱的作用が大きく、物質に吸収される熱として放出され温度上昇をもたらすことから、熱線と呼ばれている。従って、フロントガラスやサイドガラスから入る赤外線を遮断して、車の温度上昇を抑えることによって、遮熱性を高めることができる。このようなガラス板としては、例えば熱線カットガラス等が市販されている。

【0004】上記熱線カットガラスは直射太陽光の遮断を目的として、金属蒸着、スパッタリング加工などによって、ガラス板の表面に金属／金属酸化物の多層コーティングを施したものであるが、この多層コーティングは外部からの擦傷に弱く、耐薬品性も劣るため、例えば、可塑化ポリビニルブチラール樹脂膜等の中間膜を積層して合わせガラスとする方法が採用されていた。

20 【0005】しかしながら、上記可塑化ポリビニルブチラール樹脂膜等の中間膜が積層された熱線カットガラスは、①高価である、②多層コーティングが厚いため透明性(可視光透過率)が低下する、③多層コーティングと中間膜との接着性が低下し中間膜の剥離や白化が起こる、④電磁波の透過を阻害し携帯電話、カーナビ、ガレージオーブナー、料金自動収受システム等の通信機能に支障をきたす等の問題点があった。

30 【0006】このような問題点の解決策として、例えば、可塑化ポリビニルブチラール樹脂シートの間に、金属蒸着したポリエステルフィルムを積層した合わせガラスが提案されている(特公昭61-52093号公報、特開昭64-36442号公法等)。しかし、上記開示の合わせガラスは、可塑化ポリビニルブチラール樹脂シートとポリエステルフィルムとの間の接着性に問題があり、界面で剥離が起こるだけでなく、電磁波透過性も不十分である等の問題があった。

## 【0007】

【発明が解決しようとする課題】また、従来使用されていた熱線反射ガラスや熱線反射ポリエチレンテレフタレート(PET)を用いた熱線反射合わせガラスでは、加工性、作業性、生産性等に問題があり、さらに電磁波をシールドするために、携帯電話、カーナビゲーター、ガレージオーブナー、料金自動収受システム等の通信機能に支障をきたすという問題があった。

【0008】しかし、本発明の熱線遮蔽合わせガラスにおいては、中間膜に熱線遮蔽機能を持たせているため、合わせガラス時の加工性、作業性、生産性は通常の合わせガラスと同様に行うことができ、また電磁波透過性を有するために、上記通信機能に対しては全く支障のない、従来の熱線遮蔽合わせガラスとは異なる、新規な熱線遮蔽合わせガラス用中間膜及び合わせガラスを提供するものである。

【0009】本発明は、上記の欠点に鑑みてなされたもので、その目的は、透明性、遮熱性が優れると共に、電磁波透過性が良好な合わせガラス用中間膜、及び、その中間膜を用いた合わせガラスを提供することにある。

#### 【0010】

【課題を解決するための手段】請求項1記載の合わせガラス用中間膜は、可塑化ポリビニルブチラール樹脂からなる合わせガラス用中間膜であって、前記可塑化ポリビニルブチラール樹脂は、ポリビニルブチラール樹脂100重量部、可塑剤30～60重量部並びに錫ドープ酸化インジウム(ITO)微粒子及び／又はアンチモンドープ酸化インジウムATO微粒子0.1～3重量部からなり、さらに、膜中の錫ドープ酸化インジウム(ITO)微粒子又はアンチモンドープ酸化インジウムATO微粒子の平均粒径が80nm以下であり、且つ粒径100nm以上の粒子数が1個以下/μm<sup>2</sup>となるように分散されており、さらに合わせガラスにした際に0.1～10MHzでの電磁波シールド性能が10dB以下であることを特徴とする。

【0011】請求項2記載の合わせガラス用中間膜は、可塑化ポリビニルブチラール樹脂からなる合わせガラス用中間膜であって、前記可塑化ポリビニルブチラール樹脂は、ポリビニルブチラール樹脂100重量部、可塑剤30～60重量部並びに錫ドープ酸化インジウム(ITO)微粒子及び／又はアンチモンドープ酸化インジウムATO微粒子0.1～3重量部からなり、さらに、膜中の錫ドープ酸化インジウム錫ドープ酸化インジウム(ATO)微粒子又はアンチモンドープ酸化インジウムATO微粒子平均粒径が80nm以下であり、且つ粒径100nm以上の粒子数が1個以下/μm<sup>2</sup>となるように分散されており、さらに合わせガラスにした際に2～26.5GHzでの電磁波シールド性能が10dB以下であることを特徴とする。

【0012】請求項3記載の合わせガラス用中間膜は、厚さ2.5mmのクリアガラス2枚の間に挟んで作製した合わせガラスの、可視光透過率70%以上、日射透過率が可視光透過率80%以下、ヘイズ1%以下であり、さらに0.1～10MHzでの電磁波シールド性能が10dB以下であることを特徴とする。

【0013】請求項4記載の合わせガラス用中間膜は、厚さ2.5mmのクリアガラス2枚の間に挟んで作製した合わせガラスの、可視光透過率70%以上、日射透過

率が可視光透過率の80%以下、ヘイズ1%以下であり、さらに2～26.5GHzでの電磁波シールド性能が10dB以下であることを特徴とする。

【0014】以下に本発明の詳細を示す。本発明の合わせガラス用中間膜には、ポリビニルブチラール樹脂、可塑剤並びに錫ドープ酸化インジウム(ITO)微粒子及び／又はアンチモンドープ酸化インジウムATO微粒子からなる可塑化ポリビニルブチラール樹脂が用いられる。

【0015】上記ポリビニルアセタール樹脂としては、従来より安全ガラス用中間膜用樹脂として用いられるものが使用でき、より具体的にはブチラール化度60～75モル%、重合度800～3,000のポリビニルブチラール樹脂が好適に使用される。

【0016】上記可塑剤としては、従来より中間膜用に使用されているものすべてを用いることができ、例えば、トリエチレングリコールジー2エチルヘキサノエート(3GO)、トリエチレングリコールジー2-エチルブチレート(3GH)、ジヘキシルアジペート(DHA)、テトラエチレングリコールジーヘプタノエート(4G7)、テトラエチレングリコールジー2-エチルヘキサノエート(4GO)、トリエチレングリコールジーヘプタノエート(3G7)等が挙げられる。これらは単独で用いられてもよく、2種類以上が併用されてもよい。

【0017】上記可塑剤の配合量は、ポリビニルアセタール樹脂100重量部に対して30～60重量部である。

【0018】本発明の合わせガラス用中間膜に遮熱性を付与するために、上記可塑化ポリビニルアセタール樹脂にITO微粒子及び／又はATO微粒子を分散させることが必要である。即ち、ITO微粒子及び／又はATO微粒子は優れた赤外線(熱線)カット機能を有するので、得られる中間膜は及び合わせガラスは優れた遮熱性を発現し得るものとなる。

【0019】上記ITO微粒子及び／又はATO微粒子の配合量は、ポリビニルアセタール樹脂100重量部に対して0.1～3重量部である。配合量が0.1重量部未満では、赤外線カット効果が十分に發揮されないので、得られる中間膜や合わせガラスの遮熱性が十分に向上しないことがあり、3重量部を超えると得られる中間膜や合わせガラスの可視光線の透過性が低下し、またヘイズも大きくなることがある。

【0020】上記ITO微粒子及び／又はATO微粒子の平均粒子径は80nm以下となれる。好ましくは10～80nmである。即ち、ITO微粒子及び／又はATO微粒子の最小粒子径が10nm以上であり、最大粒子径が80nm以下であることが好ましい。

【0021】また、ITO微粒子及び／又はATO微粒子の平均粒子径が80nmを超えると、粒子による可視

光線の散乱が顕著になり、得られる中間膜の透明性が損なわれることがある。その結果、合わせガラスとしたときにヘイズが悪化して、例えば自動車のフロントガラスで要求されるような高度な透明性を満足することができなくなる。尚、上記ITO微粒子及び／又はATO微粒子の粒子径は、光散乱測定装置（大塚電子社製「DLS-6000AL」）を使用して、Arレーザーを光源として動的光散乱法により測定する。

【0022】上記ITO微粒子及び／又はATO微粒子は、中間膜中に均一に分散されていることが好ましい。分散させることにより、合わせガラスとしたときに、低ヘイズで透明性に優れ、遮熱性は中間膜全体にわたって高いものとなり、さらに、ガラスと中間膜との接着力が調節可能であることにより、耐貫通性も優れたものとなる。

【0023】好ましい態様としては、粒径100nm以上のITO微粒子及び／又はATO微粒子が中間膜1μm<sup>2</sup>当たり1個以下である。即ち、透過型電子顕微鏡で中間膜を撮影、観察した場合、粒径100nm以上の粒子が全く観察されないか、又は観察された場合でも1μm<sup>2</sup>の枠の中心に粒径100nm以上の粒子を置くと、かかる1μm<sup>2</sup>の枠内に粒径100nm以上の粒子が他に観察されない状態をいう。尚、透過型電子顕微鏡による観察は、日立製作所製透過型電子顕微鏡「H-7100FA型」を用いて、加速電圧100kVで撮影したものについて行う。

【0024】また、本発明に係る中間膜の好ましい態様としては、分散液中でのITO微粒子及び／又はATO微粒子の平均粒径が、常温において10～80nmであり、かつ分散液を200℃に加熱後も10～80nmである、合わせガラス用中間膜である。かかる分散液を用いて合わせガラス用中間膜を成形すると、得られる中間膜は膜中にITO微粒子及び／又はATO微粒子が分散された、低ヘイズで透明性の優れたものとなる。

尚、分散液とは後で詳細に述べるが、有機溶媒又は可塑剤等に好ましくは分散剤を用いて、ITO微粒子及び／又はATO微粒子を分散させた懸濁液又は溶液をいう。

【0025】上記ITO微粒子は有機溶媒中に分散させて用いる場合は、中間膜に使用する可塑剤と同種の可塑剤を主分散媒として用いて分散することが好ましい。また、主分散媒としては、例えば、硫酸系エステル化合物、リン酸系エステル化合物、ポリカルボン酸塩、多価アルコール型界面活性剤等一般的に無機微粒子の分散剤として用いられる分散剤を使用することができる。

【0026】さらに、主分散媒にキレート剤や少なくとも一つ以上のカルボキシル基をもつ化合物を併用してもよく、併用によってヘイズをさらに改善させることができる。このキレート剤や一つ以上のカルボキシル基をもつ化合物は、主分散媒に追加しなくても、別添加によつても十分な効果が得られる。

【0027】上記キレート剤としては、特に限定されるものではなく、EDTA類、β-ジケトン類等を用いることが可能であるが、可塑剤や樹脂との相溶性のよいものが好ましい。相溶性の点からは、キレート剤の中でも特にβジケトン類が好ましく、その中でも特にアセチルアセトンが好適に用いられる。アセチルアセトン以外にもベンゾイルトリフルオロアセトンや、ジピバロイルメタン等を用いてもよい。これらキレート剤の効果としては、ITO微粒子に配位することによって、該微粒子の凝集が妨げられ、ヘイズが向上すると考えられる。

【0028】上記キレート剤の配合量としては、ポリビニルアセタール樹脂100重量部に対して0.001～2重量部が好ましく、より好ましくは0.01～1重量部である。配合量が0.001重量部未満になると微粒子凝集防止及びヘイズ向上の効果が発現し難く、2重量部を超えると製膜時に発泡したり合わせガラス作製時に発泡を生じることがある。

【0029】上記一つ以上のカルボキシル基をもつ化合物としては、例えば、脂肪族カルボン酸、脂肪族ジカルボン酸、芳香族カルボン酸、芳香族ジカルボン酸、ヒドロキシ酸等が挙げられ、具体的には安息香酸、フタル酸、サリチル酸、リシノール酸等を用いることができる。中でも、C<sub>2</sub>～C<sub>18</sub>の脂肪族カルボン酸が好適に用いられ、より好ましくはC<sub>2</sub>～C<sub>10</sub>の脂肪族カルボン酸である。このような脂肪族カルボン酸としては、例えば、酢酸、プロピオン酸、n-酪酸、2-エチル酪酸、n-ヘキサン酸、2-エチルヘキサン酸、n-オクタン酸等が挙げられる。

【0030】上記一つ以上のカルボキシル基をもつ化合物の配合量としては、ポリビニルアセタール樹脂100重量部に対して0.001～2重量部が好ましく、より好ましくは0.01～1重量部である。配合量が0.001重量部未満になると微粒子凝集防止及びヘイズ向上の効果が発現し難く、2重量部を超えると中間膜が黄変することがあり、またガラスと膜の接着力を損なうことがある。

【0031】また、本発明の合わせガラス用中間膜には、必要に応じて、接着力調整剤が含有されてもよい。接着力調整剤としては、アルカリ金属塩又はアルカリ土類金属塩を用いることが好ましい。アルカリ金属塩又はアルカリ土類金属塩としては、特に限定されず、例えば、カリウム、ナトリウム、マグネシウム等の塩が挙げられ、塩を構成する酸としては、例えば、オクチル酸、ヘキシル酸、酪酸、酢酸、蟻酸等の有機カルボン酸又は塩酸、硝酸等の無機酸が挙げられる。

【0032】上記接着力調整剤の中でも、炭素数2～16の有機酸のアルカリ金属塩又はアルカリ土類金属塩がより好ましく、さらに好ましくは炭素数2～16のカルボン酸マグネシウム塩又は炭素数2～16のカルボン酸カリウム塩である。上記カルボン酸マグネシウム塩又は

カリウム塩としては、特に限定されず、例えば、酢酸マグネシウム、酢酸カリウム、プロピオン酸マグネシウム、プロピオン酸カリウム、2-エチルブタン酸マグネシウム、2-エチルブタン酸カリウム、2-エチルヘキサン酸マグネシウム、2-エチルヘキサン酸カリウム等が挙げられ、これらは単独で用いられてもよく、2種類以上が併用されてもよい。

【0033】上記接着力調整剤の配合量は、ポリビニルアセタール樹脂100重量部に対して0.001～0.5重量部が好ましく、より好ましくは0.01～0.2重量部である。配合量が、0.001重量部未満では高湿度の雰囲気下で合わせガラス周辺部に接着力低下が起こり易く、0.5重量部を超えると接着力が低くなりすぎる上に、膜の透明性が失われることがある。

【0034】上記以外の添加剤として、押出機中での熱による変質を防止するための酸化防止剤；耐候性や耐光性改善のための紫外線吸収剤や各種安定剤を添加することができる。

【0035】本発明の合わせガラス用中間膜は、特に限定されず、押出成形法、カレンダー成形法、プレス成形法等によって製膜することにより得られるが、これらの中でも、2軸同方向による押出成形法はヘイズをさらに改善することができるのでより好ましい。

【0036】本発明の合わせガラス用中間膜の膜厚は、特に限定されるものではないが、合わせガラスとして最小限必要な耐貫通性や耐候性を考慮すると、実用的には、0.3～0.8mmであることが好ましい。ただし、耐貫通性の向上等を目的とするために、必要に応じて本発明の中間膜に他の中間膜を積層して使用してもよい。

【0037】本発明の合わせガラス用中間膜は、0.1～10MHz及び2～26.5GHzの周波数帯域において電磁波透過性を有することを見いたした。これらの周波数帯域を使用する電波の例としては、アマチュア無線の3.5MHz帯、7MHz帯、また緊急通信周波数にも10MHz以下の周波数帯が使用されているものがある。さらに、VICS（自動車情報通信システム）では2.5GHz、ETC（有料道路自動料金収受システム）では5.8GHz、衛星放送では12GHz帯を使用するなど、情報通信に欠かせない周波数帯となっている。

【0038】本発明の合わせガラス用中間膜は、0.1～10MHz及び2～26.5GHzの周波数帯域における電磁波シールド性能を10dB以下とすることにより、上記周波数帯の電磁波を問題なく通過させることができる。

【0039】本発明の合わせガラスに使用するガラスについては、特に限定されず一般に使用されている透明板ガラスを使用することができ、好ましくは900～1,300nmの全波長域において透過率が65%以下であ

る熱線吸収ガラスの使用である。これはITOの赤外線カット性が1,300nmより長波長側で大きく、900～1,300nmの領域では比較的小さいことによる。よって本発明の中間膜を上記熱線吸収ガラスと合わせることにより、クリアガラスと合わせる場合に比べて、同じ可視光線透過率に対しても日射透過率を低くすることができ、日射カット率を向上させることができ

る。

【0040】上記合わせガラスは、可視光線透過率を70%以上、日射透過率を可視光線透過率の80%以下、ヘイズを1%以下とすることにより、遮熱性、透明性及び電磁波透過性が著しく優れたものとなる。

#### 【0041】

【発明の実施の形態】以下に、本発明の実施例を説明する。尚、合わせガラスにつき、下記項目の評価を行った。

##### 1) 光学特性

直記分光光度計（島津製作所製「UV3100」）を使用して、合わせガラスの300～2,500nmの透過率を測定し、JIS Z 8722及びJIS R 3106によって、380～780nmの可視光透過率(Tv)及び300～2,500nmの日射透過率(Ts)を求めた。

##### 【0042】2) ヘイズ(H)

JIS K 6714に準拠して測定した。

##### 【0043】3) 電磁波透過性

KEC法測定（近傍界の電磁波シールド効果測定）によって、0.1～10MHzの範囲の反射損失値(dB)を通常の板厚2.5mmのフロートガラス単板と比較し、上記周波数での差の最小・最大値を記載した。また、2～26.5GHzの範囲の反射損失値(dB)は、送信受信用の1対のアンテナ間にサンプル600mm角を立て、電波信号発生装置からの電波をスペクトルアナライザーで受信し、そのサンプルのシールド性を評価した（遠方界の電磁波測定法）。

##### 【0044】4) パンメル値

中間膜のガラスに対する接着性はパンメル値で評価する。その試験方法の詳細は次の通りである。パンメル値が大きいほどガラスとの接着力も大きく、小さいと接着力は小さい。合わせガラスを-18±0.6℃の温度に16時間放置して調整し、これを頭部が0.45kgのハンマーで打ってガラスの粒径が6mm以下になるまで粉碎した。ガラスが部分剥離した後の膜の露出度をあらかじめグレード付けした限度見本で判定し、その結果を表1に従いパンメル値として表した。

#### 【0045】

【表1】

中間膜の露出度 (%)	パンメル値
100	0
90	1
85	2
60	3
40	4
20	5
10	6
5	7
2以下	8

## 【0046】(実施例1)

## (1) ポリビニルブチラールの合成

純水2,890重量部に、平均重合度1,700、鹼化度99.2モル%のポリビニルアルコール275重量部を加えて加熱溶解した。この反応系を15℃に温度調節し、35重量%の塩酸201重量部とn-ブチルアルデヒド157重量部を加え、この温度を保持して反応物を析出させた。その後、反応系を60℃で3時間保持して反応を完了させ、過剰の水で洗浄して未反応のn-ブチルアルデヒドを洗い流し、塩酸触媒を汎用な中和剤である水酸化ナトリウム水溶液で中和し、さらに、過剰の水で2時間水洗及び乾燥を経て、白色粉末状のポリビニルブチラール樹脂を得た。この樹脂の平均ブチラール化度は68.5モル%であった。

## 【0047】(2) ITO分散可塑剤の作製

3G040重量部に対しITO微粒子を1重量部仕込み、分散剤としてポリリン酸エステル塩を用い、水平型のマイクロビーズミルにて可塑剤中にITO微粒子を分散させた。その後、当該分散液にアセチルアセトン0.1重量部を攪拌下で添加し、ITO分散可塑剤を作製した。分散中のITO微粒子の平均粒径は35nmであった。

## 【0048】(3) 合わせガラス用中間膜の製造

上記で得られたポリビニルブチラール樹脂100重量部に対し、上記ITO分散可塑剤を40重量部、さらに全系に対してMg含有量が60ppmとなるよう2-エチル醋酸マグネシウムを適量添加し、ミキシングロールで十分に溶融混練した後、プレス成形機を用いて150℃で30分間プレス成形し、平均膜厚0.76mmの中間膜を得た。膜中のITO微粒子の平均粒径は56nmであり、粒径が100nm以上の粒子は観察されなかった。

## 【0049】(4) 合わせガラスの製造

上記で得られた合わせガラス用中間膜を、その両端から透明なフロートガラス（縦30cm×横30cm×厚さ2.5mm）で挟み込み、これをゴムパック内に入れ、2.6kPaの真空度で20分間脱気した後、脱気したままオープンに移し、さらに90℃で30分間保持しつつ真空プレスした。このようにして予備圧着された合わせガラスをオートクレーブ中で135℃、圧力1.2MPaの条件で20分間圧着を行い、合わせガラスを得た。この合わせガラスにつき、上記可視光透過率(Tv)、日射透過率(Ts)、ヘイズ(H)、電磁波透過性(ΔdB)及びパンメルを測定し、その結果を表1に示した。

【0050】(実施例2) ITO分散可塑剤中のITOを1重量部から1.6重量部に変更したこと以外は実施例1と同様にして合わせガラスを作製した後、実施例1と同様項目の測定を行い、その結果を表1に示した。

【0051】(実施例3) ITO分散可塑剤中のITOを1重量部から2.8重量部に変更したこと以外は実施例1と同様にして合わせガラスを作製した後、実施例1と同様項目の測定を行い、その結果を表1に示した。

【0052】(比較例1) ITO、分散剤及びアセチルアセトンを全く添加しなかったこと以外は、実施例1と同様にして合わせガラスを作製した後、実施例1と同様項目の測定を行い、その結果を表1に示した。

【0053】(比較例2) ITOを全く配合しない通常の中間膜(平均厚さ0.76mm)を用いて合わせガラスを作製する際用いるフロートガラスの1枚を熱線反射ガラスとし、合わせガラスを作製した後、実施例1と同様項目の測定を行い、その結果を表1に示した。

【0054】(比較例3) ITOを全く配合しない通常の中間膜(平均厚さ0.38mm)2枚で熱線反射コーティングされたPET(ポリエチレンテレフタレート)板を挟み込み、さらに両端から透明フロートガラスで挟んで合わせガラスを作製した後、実施例1と同様項目の測定を行い、その結果を表1に示した。

【0055】(比較例4) 中間膜の製造において、ITOの配合量を0.03重量部としたこと以外は、実施例1と同様にして合わせガラスを作製した後、実施例1と同様項目の測定を行い、その結果を表1に示した。

【0056】(比較例5) 中間膜の製造において、ITOの配合量を3.6重量部としたこと以外は、実施例1と同様にして合わせガラスを作製した後、実施例1と同様項目の測定を行い、その結果を表1に示した。

## 【0057】

## 【表2】

		T <sub>v</sub> (%)	T <sub>s</sub> (%)	H (%)	シールド性 (ΔdB)	パンメル	耐湿試験後 の表面の有無
実 施 例	1	83	56	0.7	0~1	4	なし
	2	80	48	0.6	0~1	4	なし
	3	76	44	0.9	0~1	4	なし
比 較 例	1	89	81	0.4	0~1	4	なし
	2	80	47	0.6	15~48	1	あり
	3	78	47	0.7	13~37	1	PET/膜間隙
	4	89	75	0.5	0~1	4	なし
	5	70	35	1.9	0~1	4	なし

## 【0058】

【発明の効果】本発明の合わせガラス用中間膜及び合わせガラスは、上述の構成であり、透明性、遮熱性が優れると共に、良好な電磁波透過性を有する。従って、自動車の窓ガラスとして使用しても、携帯電話、カーナビゲーター、ガレージオープナー、料金自動収受システム等の通信機能に悪影響を及ぼすことがない。

【0059】特に、波長380~780nmの光線に対する可視光線透過率を特定値以上とし、波長300~2,500nmの光線に対する日射透過率とヘイズ並びに周波数0.1~10MHz及び2~26.5GHzの電磁波に対する電磁波シールド性能を特定値以下することにより、上記遮熱性、透明性及び電磁波透過性は著しく優れたものとなる。  
20

フロントページの続き

F ターム(参考) 4G061 AA21 AA29 AA30 BA01 BA02  
 CA02 CB03 CB07 CB14 CB19  
 CD02 CD03 CD18 DA23  
 4J002 BE061 DE097 EH046 EH086  
 FA087 FB077 FD026 FD200  
 FD207 GL00 GN00